LUCIANA MARIA DA SILVA

**Influência das dimensões e do modo de fotoativação do corpo de prova sobre
os testes de sorção, de solubilidade e de microdureza knoop**

São Paulo
2010

LUCIANA MARIA DA SILVA

Influência das dimensões e do modo de fotoativação do corpo de prova sobre os testes de sorção, de solubilidade e de microdureza Knoop

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, para obter o título de Mestre pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia.

Área de Concentração: Materiais Dentários

Orientador: Prof. Dr. Carlos Eduardo Francci

São Paulo
2010

FOLHA DE APROVAÇÃO

Silva LM. Influência das dimensões e do modo de fotoativação do corpo de prova sobre os testes de sorção, de solubilidade e de microdureza Knoop. Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Odontologia.

São Paulo, / /2010

Banca Examinadora

Prof(a). Dr(a). _____ Instituição: _____
Julgamento: _____ Assinatura: _____

Prof(a). Dr(a). _____ Instituição: _____
Julgamento: _____ Assinatura: _____

Prof(a). Dr(a). _____ Instituição: _____
Julgamento: _____ Assinatura: _____

DEDICATÓRIA

Às pessoas que sempre acreditaram que eu poderia chegar tão longe:
Meus pais, meus irmãos, Flávia (minha prima-irmã), Maria Eduarda (minha quase filha) e meus poucos, mas verdadeiros amigos.

“ Das muitas coisas do meu tempo de criança,
Guardo vivo na lembrança o aconchego do meu lar.

No fim da tarde, quando tudo se aquietava,
A família se ajuntava lá no alpendre a conversar.
Meus pais não tinham nem escola, nem dinheiro,
Todo dia, o ano inteiro, trabalhavam sem parar,
Faltava tudo, mas a gente nem ligava,
O importante não faltava, seu sorriso e seu olhar.”

Utopia (Hinário Centro Espírita Perseverança)

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao meu pai, Zé, que sempre foi meu grande incentivador para estudar na USP, mesmo sabendo que as chances eram muito pequenas. Se não fosse pelo seu apoio eu nunca teria chegado até aqui obrigada pai.

Agradeço a minha mãe, Sonia, por ser minha fortaleza nesta vida, me amparando nos momentos em que estava prestes a desistir e não me deixando sozinha em nenhum momento. Obrigada por ter resistido e estar viva compartilhando mais esta vitória comigo.

Agradeço ao meu irmão, Clóvis, pelo companheirismo, por sempre ajudar a resolver os problemas do meu computador, e, sobretudo, por sempre estar presente nos momentos em que eu mais precisei.

Agradeço ao meu irmão, Wallace, por ser uma fonte inesgotável de bom humor e otimismo sempre me distraindo nos momentos de maior tensão.

Agradeço à minha prima, que de tão amada considero uma irmã, por segurar a barra lá no consultório durante minha dedicação ao mestrado, por localizar os canais que eu não encontrava, por me amparar e me dar força quando eu pensava em desistir, e, acima de tudo, por me deixar participar da vida da sua filha, Maria Eduarda, da qual também me sinto um pouco mãe.

Agradeço a você Duda por existir e me trazer de volta a razão para viver. Você é o amor da minha vida!!!!

Agradeço à Nivea, minha grande amiga desde a época que ingressei na iniciação científica, sempre com seu jeito calmo e paciente de me expor seus pontos de vista, com muito boa vontade em me ajudar com as análises estatísticas, as quais eu teimava em não entender. Você foi muito importante para minha vida acadêmica e pessoal!!! Que Deus continue te abençoando sempre. Muito obrigada.

Agradeço ao meu orientador Carlos Francci pelas oportunidades proporcionadas, pela paciência, compreensão e até mesmo pelos puxões de orelha. Saiba que tudo isso me fez crescer como pessoa e como cirurgiã dentista. Sou muito grata por tudo e gostaria de expressar minha imensa admiração por você. Obrigada!

Agradeço a minha amiga mais chata de todas, Lilyan, por estar comigo nesta caminhada desde a graduação, sempre trabalhando na mesma bancada, estudando junto na biblioteca em épocas de prova e cantando no videokê nos churrascos da turma. Por desfrutar de bons momentos, na pós-graduação como por exemplo, dividindo quartos de hotel e desabafando nos momentos difíceis. Lilyan, muito obrigada por toda a força e por sua amizade. Espero que estejamos sempre próximas, principalmente quando juntarmos nosso primeiro milhão!!! Muito obrigada amiga.

Agradeço ao André e ao Maurício, partes integrantes do GFREEP (Grupo Francci de Estudos em Estética e Pesquisa), pelas conversas, e mais especificamente ao André, pela companhia nas idas ao bandejão e à carrocinha de cachorro quente do Coseas e pelas risadas contagiantes dentro do departamento. Ah, sem me esquecer do Maico, que além de tudo, ainda dava ideia de passar no pé de amora e acabar com as frutas. Valeu pessoal, sempre vou me lembrar de vocês.

Agradeço a todos os amigos da PGMD (Pós-Graduação em Materiais Dentários) pela convivência sempre instrutiva e divertida.

Agradeço à Rosinha e à Eli por sempre terem me ajudado em tudo o que foi preciso, tanto referente à parte burocrática da pós-graduação, quanto aos problemas pessoais que passei. Muito obrigada que Deus abençoe muito vocês.

Agradeço à FGM Produtos Odontológicos LTDA. Por ter doado o material que viabilizou a realização deste trabalho.

Por fim, mas nem por isso menos importante agradeço a Deus por cada oportunidade que me foi dada, pela força e inspiração que Nele foi encontrada

nos momentos de maior dificuldade e por permitir que eu terminasse mais essa fase da minha vida aqui na terra, promovendo minha evolução espiritual.

Silva LM. Influência das dimensões e do modo de fotoativação do corpo de prova sobre os testes de sorção, de solubilidade e de microdureza Knoop [dissertação]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2010.

RESUMO

O presente estudo avaliou a influência das dimensões e das formas de fotoativação do corpo de prova através dos testes de sorção, de solubilidade e de microdureza Knoop. Este trabalho foi dividido em duas fases. Na primeira fase, corpos de prova de um compósito experimental medindo 15 mm de diâmetro x 1 mm de espessura foram confeccionados usando uma matriz de teflon bipartida, sendo o compósito inserido em um único incremento e, em seguida, planificado por uma tira de poliéster aderida a uma placa de vidro. Todos os grupos tiveram as mesmas dimensões, porém, foram fotopolimerizados de três maneiras diferentes: G1- Com cinco exposições de cada lado do corpo de prova, de acordo com o padrão especificado pela ISO 4049; G2- Retirando a ponta do aparelho fotoativador de forma que a luz atingisse toda a superfície do espécime e G3- Distanciando a ponta do fotopolimerizador 1,5 cm com o mesmo intuito (n=5). Anova ($p < 0,05$) e teste de Tukey 5% para diferenciação das médias não mostraram diferenças estatísticas significativas entre os grupos para o teste de sorção ($p = 0,517$). Os valores em $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ com seus desvios padrão foram: $G1 = 22,58 \pm 1,20$; $G2 = 23,51 \pm 0,61$ e $G3 = 22,16 \pm 1,39$. Já para o teste de solubilidade foram encontradas diferenças estatísticas significativas ($p = 0,002$), de acordo com as letras sobrescritas. Os valores em $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ com seus respectivos desvios padrão foram $G1 = 0,54 \pm 0,14^B$; $G2 = 0,37 \pm 0,14^B$ e $G3 = 1,04 \pm 0,09^A$. Para o teste de microdureza Knoop, a análise estatística apresentou diferenças significativas entre os grupos ($p = 0,003$). Os valores em KHN com seus desvios padrão foram $G1 = 78,9 \pm 2,74^A$; $G2 = 69,4 \pm 4,77^B$ e $G3 = 67,4 \pm 4,94^B$. A conclusão desta primeira fase foi que a melhor forma de fotoativação foi do G1 (de acordo com a ISO), a qual apresentou menor solubilidade e a maior microdureza Knoop. A segunda fase do trabalho foi feita utilizando apenas a melhor forma de fotoativação obtida na primeira fase que foi correspondente ao G1 (ISO 4049), variando as dimensões dos corpos de prova com os tamanhos mais usados na literatura de sorção e solubilidade. Os grupos experimentais foram

divididos em: (diâmetro x espessura) g1=15x1 mm (ISO), g2=5,8 x 0,8mm e g3=6 x 0,5 mm, confeccionados da mesma forma que os corpos de prova da primeira etapa. Os espécimes foram então submetidos ao teste de sorção, de solubilidade e de microdureza Knoop. ANOVA ($p < 0,05$) e teste de Tukey (5%) mostraram que não houve diferenças estatisticamente significativas para o teste de sorção ($p = 0,915$). Os valores em $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ com seus respectivos desvios padrão foram: g1=22,58 $\pm$ 1,2; g2=22,28 $\pm$ 2,26 e g3=22,78 $\pm$ 2,02. Já para o teste de solubilidade foram encontradas diferenças estatísticas significativas ($p = 0,006$). Os valores em $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ com seus respectivos desvios padrão foram: g1=0,54 $\pm$ 0,14^B; g2=3,2 $\pm$ 2,07^A, e g3=2,16 $\pm$ 1,06^{AB}. O teste de microdureza Knoop não demonstrou diferenças estatisticamente significativas entre os grupos ($p = 0,106$). Os valores em KHN, com seus respectivos desvios padrão foram: g1=62,12 $\pm$ 0,86; g2=64,88 $\pm$ 4,21 e g3=66,20 $\pm$ 2,33. Levando em consideração os diversos fatores estudados pode-se concluir que as dimensões e a forma de fotoativação preconizadas pela ISO 4049 parecem ser a melhor forma de confeccionar os corpos de prova para os testes de sorção e de solubilidade, associados ao teste de microdureza Knoop.

Palavras-chave: Sorção. Solubilidade. Microdureza Knoop. Polimerização. ISO4049.

Silva LM. Influence of the specimen dimensions and mode of photoactivation on the tests of sorption, solubility and Knoop microhardness [dissertation]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2010.

ABSTRACT

This study evaluated the influence of the dimensions and the light-cure mode of specimens in the tests of sorption, solubility and Knoop microhardness. This research was divided into two phases. In the first stage, disc shaped samples of an experimental composite resin (15 mm in diameter x 1 mm in thickness) were fabricated using a teflon split mold., The composite was inserted in one increment and then flattened by a polyester strip adhered to a glass plate. All groups had the same dimensions, however, were polymerized in three different ways: G1-five exposures for each side of the specimen, according to the standard specified by ISO 4049, G2-removing the tip of the curing unit and allowing light to reach all the surface of the specimen, and G3-distancing the tip of the curing unit 1.5 cm with the same intention (n=5). Anova and Tukey test ($p<0.05$) for the means comparisons showed no statistically significant differences among groups for the sorption test ($p=0.517$). The values in $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ with their standard deviation were: G1 = 22.58 ± 1.20 , G2 = 23.51 ± 0.61 and G3= 22.16 ± 1.39 . The solubility test showed statistically significant differences ($p=0.002$), according to the superscript letters. The values in $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ with their respective standard deviations were G1= 0.54 ± 0.14^B , G2= 0.37 ± 0.14^B and G3= 1.04 ± 0.09^A . For the microhardness test, statistical analysis showed significant differences among groups ($p=0.003$). The KHN values with their standard deviation were: G1 = 78.9 ± 2.74^A , G2 = 69.4 ± 4.77^B and G3 = 67.4 ± 4.94^B . The conclusion of this first phase was that the best way of light-curing was G1 (according to ISO), which showed lower solubility and the higher Knoop microhardness. The second research stage was performed using only the best way of light-curing achieved in the first round, which was corresponding to Group 1 (ISO 4049), varying the dimensions of the specimens with the sizes most used in the literature of sorption and solubility. The experimental groups were divided into: (Diameter x thickness) g1=15x1 mm (ISO), g2=5.8x0.8 mm and g3=6x0.5 mm, prepared in the same way as the samples of the first phase. The specimens were

then submitted to the sorption, solubility and Knoop microhardness tests. ANOVA and Tukey test ($p < 0.05$) showed no statistically significant differences for the sorption test ($p = 0.915$). The values in $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ with their respective standard deviations were: $g_1 = 22.58 \pm 1.2$; $g_2 = 22.28 \pm 2.26$ and $g_3 = 22.78 \pm 2.02$. The solubility test showed statistically differences among groups ($p = 0.006$). The values in $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ with their respective standard deviations were: $g_1 = 0.54 \pm 0.14^B$, $g_2 = 3.2 \pm 2.07^A$, and $g_3 = 2.16 \pm 1.06^{AB}$. The Knoop microhardness test showed no statistically significant differences among groups ($p = 0.106$). The values in KHN with their respective standard deviations were: $g_1 = 62.12 \pm 0.86$, $g_2 = 64.88 \pm 4.21$ and $g_3 = 66.20 \pm 2.33$. Taking into consideration the studied factors, it can be concluded that the size and the shape of photoactivation recommended by ISO 4049 seems to be the best way of preparing the specimens for sorption and solubility tests, associated with the Knoop microhardness test.

Keywords: Sorption. Solubility. Microhardness. Polymerization. ISO4049.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	13
2 REVISÃO DA LITERATURA	15
2.1 COMPOSITOS	15
2.1.1 Matriz orgânica	16
2.1.2 Fase dispersa	16
2.1.3 Agente de união	17
2.2 SORÇÃO E SOLUBILIDADE	17
2.2.1 Rede polimérica	17
2.2.2 Hidrofilicidade	18
2.2.3 Características da rede polimérica	18
2.2.4 Sorção	19
2.2.5 Solubilidade	19
2.2.5.1 Degradação por hidrólise	20
2.3 MICRODUREZA KNOOP	20
3 PROPOSIÇÃO	22
4 MATERIAIS E MÉTODOS	23
4.1 RESINA COMPÓSTA EXPERIMENTAL	23
4.2 CONFECÇÃO DOS CORPOS DE PROVA	24
4.3 PRIMEIRO EXPERIMENTO	25
4.3.1 Formas de fotoativação	25
4.3.2 Calculo da dose de energia	28
4.3.3 Teste de sorção e solubilidade	29
4.3.4 Teste de microdureza Knoop	31
4.4 SEGUNDO EXPERIMENTO	33
5 RESULTADOS	35
5.1 PRIMEIRO EXPERIMENTO	35
5.1.1 Sorção e solubilidade	35
5.1.2 Microdureza Knoop	36
5.2 SEGUNDO EXPERIMENTO	37
5.2.1 Sorção e solubilidade	37
5.2.2 Microdureza Knoop	39

6 DISCUSSÃO	40
6.1 PRIMEIRO EXPERIMENTO.....	41
6.2 SEGUNDO EXPERIMENTO	42
7 CONCLUSÕES	44
REFERÊNCIAS.....	45
APÊNDICES	49

1 INTRODUÇÃO

Dentro do atual padrão de estética dental, materiais restauradores que mimetizam a estrutura dental em forma, propriedades mecânicas e principalmente cor, são cada vez mais exigidos pelos cirurgiões dentistas. Dentre estes podem ser citados as cerâmicas, utilizadas em trabalhos estéticos indiretos, e os compósitos, utilizados em trabalhos estéticos diretos e indiretos.

Materiais resinosos são largamente utilizados atualmente, pois além de suas boas propriedades estéticas, mecânicas e de adesão aos substratos dentários, apresentam menor tempo de trabalho e custo mais acessível ao paciente, quando comparados às cerâmicas [1].

Desde a obtenção de sua patente por Ray L. Bowen em 1962, as resinas compostas evoluíram bastante, ampliando suas possibilidades de uso. Entretanto, um dos grandes desafios da odontologia é a busca por um material estético, capaz de apresentar maior longevidade clínica, que, atualmente, é de aproximadamente 6 anos [2, 3].

Basicamente, os compósitos resinosos consistem em partículas de carga (fase inorgânica), uma matriz baseada em diferentes monômeros (fase orgânica), um agente de união (silano) e um sistema iniciador [4].

A matriz orgânica é a parte que sofre a polimerização, sendo, portanto, responsável também por algumas propriedades indesejáveis como a contração de polimerização, que induz tensões nas paredes cavitárias, a sorção de água e a solubilidade, que podem levar a um maior manchamento, maior desgaste, formação de fendas e infiltração marginal, com consequente diminuição da longevidade clínica do material [5, 6].

A sorção de água dos materiais resinosos é um processo de difusão controlada que, como dito anteriormente, ocorre basicamente na matriz resinosa, de modo que, se a polimerização do compósito se processar de maneira incompleta poderá ocorrer sua degradação por influência dos fluídos orais, principalmente da água [7, 8].

As moléculas de água difundem-se no material promovendo uma degradação química, resultando na formação de subprodutos [7, 8]. Esta degradação conduz a uma redução das propriedades mecânicas do compósito [9], bem como afeta a união entre o compósito e a dentina [10]. Além disso, alguns dos

componentes orgânicos resultantes dessa degradação são potencialmente tóxicos e podem ser lixiviados para o meio bucal, podendo induzir ou causar reações alérgicas [11]; [12].

Na tentativa de minimizar esses efeitos indesejáveis, pesquisadores estudam os fenômenos de sorção e solubilidade, e, para tal, utilizam a norma ISO4049, especificação da American Dental Association (ADA) que regulamenta a padronização de testes dos compósitos odontológicos, os quais promovem relevância clínica às informações laboratoriais [13].

Para a realização dos testes de sorção e solubilidade, essa especificação preconiza um corpo de prova em forma de disco com dimensões de 15 mm de diâmetro e 1 mm de espessura, e que o mesmo seja fotoativado pelo tempo estipulado pelo fabricante do compósito. Como geralmente a região a ser fotoativada é muito maior que o diâmetro da saída de luz do aparelho fotopolimerizador, a norma preconiza que sejam feitas sucessivas exposições até que toda a superfície do corpo de prova seja atendida. O número de exposições vai variar de acordo com o diâmetro da ponta do fotopolimerizador. Este mesmo procedimento deve ser repetido no lado oposto do corpo de prova.

Entretanto, há muita divergência entre as metodologias aplicadas pelos pesquisadores e as especificações da norma ISO 4049. De forma resumida pode-se citar aqui as alterações mais corriqueiras encontradas na literatura. A redução do diâmetro do corpo de prova de modo que o mesmo tenha diâmetro equivalente ao da ponta do fotoativador utilizado no estudo com a ponta do fotopolimerizador encostada diretamente no corpo de prova [10];[14]. Outra alteração é afastar o fotopolimerizador do corpo de prova [15], ou até mesmo retirar sua ponteira de forma que a luz seja irradiada sobre toda a superfície do compósito [16].

Assim, o fato de cada autor realizar alguma modificação na ISO 4049 pode gerar divergências nas discussões de seus trabalhos. Além disso, as metodologias não são detalhadas o suficiente e isso atrapalha ou impede a comparação de dados de sorção e de solubilidade na literatura.

Portanto, estudar qual a melhor forma de confecção do corpo de prova, pode trazer contribuição relevante para o entendimento de particularidades do processo de envelhecimento e de degradação desses materiais restauradores, além de contribuir com uma padronização da metodologia ajudando, dessa forma, na previsibilidade do desempenho dos materiais, bem como facilitar a comparação dos dados entre os trabalhos a serem publicados.

2 REVISÃO DE LITERATURA

Esta revisão de literatura aborda a composição das principais resinas compostas utilizadas atualmente, bem como, mecanismos de sorção e solubilidade.

2.1 COMPÓSITOS

As propriedades físicas, mecânicas, estéticas e o comportamento clínico dos compósitos dependem da sua estrutura química. Basicamente, as resinas odontológicas são compostas de três materiais diferentes quimicamente: a matriz orgânica (fase orgânica); a matriz inorgânica (carga ou fase dispersa); e um silano (agente de união para unir a carga à matriz orgânica). Este agente é uma molécula com um grupamento silano numa extremidade e um grupamento metacrilato na outra [17].

As resinas compostas necessitam de ativação por uma fonte de luz com comprimento de onda específico (luz azul) e intensidade suficiente (400 a 500 nm) para que a polimerização seja efetiva e as propriedades do material sejam alcançadas. O processo de polimerização compreende a conversão dos monômeros da matriz resinosa em polímeros, tendo como ponto de partida a formação de radicais livres. Tais compostos apresentam reatividade para formar um par com um dos elétrons da ligação insaturada de carbono do monômero tornando-o igualmente reativo, fato que dá continuidade à reação química [18]. O número de radicais livres e a proporção em que estes são formados constitui o fator mais importante na reação de polimerização, pois o grau de conversão exprime, em percentual, a quantidade de ligações insaturadas de carbono convertidas em ligações saturadas (covalente simples) [19, 20].

2.1.1 Matriz Orgânica

A matriz orgânica do compósito resinoso é composta, em sua essência, de uma mistura de monômeros dimetacrilatos aromáticos e/ou alifáticos como o bis-GMA, que é um dos componentes mais amplamente utilizados, como o trietilenoglicol dimetacrilato (TEGDMA) e o uretano dimetacrilato (UDMA). Outros componentes, como inibidores, que evitam a polimerização espontânea dos monômeros por uma exposição accidental à luz, geralmente utilizados o BTH (Hidroxitolueno butílico) e a hidroquinona; bem como um sistema iniciador/ativador. Esse sistema é normalmente constituído de uma dicetona, a canforoquinona (CQ) e uma amina alifática. Na presença de luz visível, com comprimento de onda variando entre 400 e 500 nm (espectro azul), a CQ passa para um estado excitatório triplo e transfere um de seus elétrons para a amina alifática, resultando na formação de radicais livres [19].

2.1.2 Fase Dispersa

A fase dispersa da resina é composta de um material inorgânico (carga). Esta é a parte que, essencialmente, determina as propriedades físicas e mecânicas do material. As mesmas são adicionadas à fase orgânica para melhorar as propriedades físicas e mecânicas do material. A fase dispersa reduz o coeficiente de expansão térmico linear (CETL), reduz a contração de polimerização, diminui também a sorção de água, que comumente leva ao amolecimento e manchamento do compósito [21].

As partículas de carga variam de acordo com sua composição química, morfologia e dimensão. As principais são: quartzo, dióxido de silício, silicatos de boro, de lítio e de alumínio. Em muitos compósitos, a partícula de carga é parcialmente substituída por partículas de metal pesado como bário, estrôncio, zinco, alumínio ou zircônia, os quais são radiopacos [22].

2.1.3 Agente de União

O agente de união pode promover propriedades físicas e mecânicas melhores e inibir a lixiviação dos componentes do compósito à medida que impede que a água penetre na interface carga-matriz resinosa.

Esta molécula, geralmente um organosilano, na presença de água, em seus grupamentos metoxi ($-\text{OCH}_3$), hidrolisados em grupamentos silanóis ($-\text{Si-OH}$) que podem unir-se com outros silanos na superfície da carga pela formação de uma ligação silânica ($-\text{Si-O-Si}$). Os grupamentos metacrilatos organosilânicos formam ligações covalentes com a resina quando esta é polimerizada; completando, assim, o processo de união [17].

2.2 SORÇÃO E SOLUBILIDADE

Muitos polímeros são considerados estruturas com estabilidade térmica e química relativamente alta. Entretanto esta rede absorve água e substâncias químicas do meio e, ao mesmo tempo, libera monômeros que não reagiram (residuais). Os fenômenos de sorção e solubilidade podem servir como percussores de processos químicos e físicos que trazem problemas tais como a produção de efeitos deletérios na estrutura e função do material polimérico. Esses efeitos incluem mudanças físicas como expansão por absorção de água, ou a plastificação e a degradação do material; e alterações químicas como a oxidação e a hidrólise. As propriedades da rede polimérica são permanentemente alteradas por esses eventos e o desempenho do material odontológico é comprometido [23].

2.2.1 Rede Polimérica

Materiais restauradores poliméricos são por um lado expostos à saliva que contém água, histamina, lisozima, amilases, peroxidases, etc., e, por outro lado, são expostos a substâncias exógenas que contém grande variedade química

incluindo ácidos, bases, sais, álcool, os quais entram no meio bucal através da alimentação [24].

Vários fatores relatados sobre a composição química e estrutural da rede polimérica são importantes para determinar a extensão que o material será afetado pelo meio aquoso. Importantes características químicas do polímero incluem a hidrofiliabilidade do polímero e os parâmetros de solubilidade entre o polímero e o solvente. Já características estruturais importantes incluem densidade das ligações cruzadas e a porosidade da rede polimérica formada [23].

2.2.2 Hidrofiliabilidade

A natureza hidrofílica de um polímero é, em grande parte, atribuída à química dos monômeros e sua polimerização. Os monômeros mais comuns usados na odontologia são o Bis-GMA (2,2-bis[4-(2'-hydroxy-3'-methacryloxypropoxy)phenyl]propane), UDMA (uretano-dimetacrilato), TEGDMA (triethilenoglicol dimetacrilato) e Bis-EMA (ethoxylato bisphenol-A dimethacrilato).

Uma análise da estrutura desses monômeros revela que eles são polímeros heteroatômicos que contêm carbono, oxigênio e nitrogênio na sua estrutura, bem como possuem grupos hidroliticamente susceptíveis como éster, uretano, ligações éter e grupos hidroxil. A entrada de água na rede polimérica acontece através das porosidades e dos espaços intermoleculares, e sua proporção depende da densidade da rede polimérica, pontes de hidrogênio formadas e interação polar [25].

2.2.3 Características da rede polimérica

A qualidade da rede polimérica formada é o que ditará a quantidade de sorção que ocorrerá no polímero quando o mesmo for submetido ao solvente. Redes com alta densidade de ligações cruzadas, ligações essas que são covalentes fortes, e por isso mantêm as cadeias poliméricas em relativa proximidade e proporcionando menor entrada de água, já que há uma diminuição de espaços livres.

Uma alta quantidade de poros e microporos facilitam tanto a entrada, quanto a saída de fluído do polímero, servindo também como lacunas onde moléculas são aprisionadas permitindo o aumento da absorção do solvente. Outros fatores que interferem na sorção de água incluem o grau de conversão, bem como, a quantidade de moléculas não reagidas que existem dentro da rede polimérica [26].

2.2.4 Sorção

A ISO 4049 especifica que a sorção de água seja menor que 40 $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ [27], sendo a mesma altamente dependente da estrutura química dos monômeros. Estudos mostram que a sorção de água é maior no Bis-GMA quando comparado com o uretano, por exemplo. Além disso, a sorção é maior para os compósitos com Bis-GMA contendo alta concentração de TEGDMA devido à hidrofilicidade das ligações éter fornecidas pelo TEGDMA [13, 28, 29].

A sorção de água ou de um solvente qualquer pela resina pode causar expansão do compósito, isso porque a mesma difunde-se na rede polimérica e separa as cadeias, o que pode afetar as dimensões da restauração. Contudo, uma vez que a rede polimérica contém porosidade entre as cadeias, é possível que a água seja absorvida sem proporcionar mudança de volume. Por outro lado a entrada de água é acompanhada pela saída de monômeros residuais, que podem causar a redução do volume inicial do compósito. Por isso as mudanças dimensionais da rede polimérica são difíceis de prever, mas sabe-se que tais mudanças estão intimamente relacionadas, como já ditas, com a composição do material. [30, 31]

2.2.5 Solubilidade

Os radicais livres provenientes da polimerização dos dimetacrilatos produzem uma rede polimérica com grande quantidade de ligações cruzadas. Mas, por outro lado, também sobram desta reação, monômeros que não reagiram, ou seja, monômeros residuais, oligômeros e fotoiniciadores. Esses componentes são capazes de se soltarem da rede polimérica e serem lixiviados para o meio bucal,

chamamos este fenômeno de degradação por hidrólise, podendo assim causar alterações como reações alérgicas e redução das propriedades mecânicas do compósito [32].

2.2.5.1 Degradação por hidrólise

Os polímeros são degradados em solução aquosa através de dois mecanismos: hidrólise passiva e reação enzimática.

A hidrólise passiva ocorre quando o solvente penetra nos poros das cadeias poliméricas, removendo monômeros residuais e ocupando os espaços. Sabe-se que a rede polimérica é degradada produzindo pequenas moléculas através de oxidação, ataque do grupo funcional e quebra de cadeia [33].

A degradação enzimática está provavelmente relacionada com a cura da resina. Entretanto a composição da rede polimérica produzida é de primeira importância para se determinar a extensão da degradação [34]. Os efeitos da degradação enzimática são observados através de uma redução da microdureza superficial e da resistência ao desgaste [35].

2.3 MICRODUREZA KNOOP

Os testes de microdureza são determinados pela aplicação de força através de uma endentação de geometria, força e velocidade pré-definidas. Quando se visualiza a imagem no microdurômetro, simplificada tem-se que a menor imagem referente à endentação corresponde ao maior valor de microdureza. Valores de microdureza Knoop têm mostrado uma forte correlação com as medidas de grau de conversão obtida através do FTIR (*FT-Raman spectroscopy*) [36, 37].

Um estudo comparou a microdureza Knoop com FTIR utilizando um LED (Light Emitting Diode –Ultraled – Dabi Atlante, Ribeirão Preto, SP, Brasil) e uma luz halógena (Optilux 401-Demetron-SDS Kerr-Orange, California, EUA). Os resultados obtidos mostraram que o comportamento do grau de conversão foi similar

à microdureza Knoop, mostrando que talvez, esta última, possa ser usada como indicativo para o grau de conversão [37].

Entretanto o número absoluto da microdureza não pode ser usado para estimar o grau de conversão quando comparadas resinas diferentes [36].

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo de presente trabalho foi avaliar a influência das dimensões e dos modos de fotoativação do corpo de prova de um compósito experimental através dos testes de sorção, de solubilidade e de microdureza Knoop.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 RESINA COMPÓSTA EXPERIMENTAL

Todos os corpos de prova foram confeccionados utilizando uma resina composta experimental com uma matriz resinosa constituída de Bis-GMA e TEGDMA, numa proporção de 75:25%, com carga de vidro de bário-alumínio-silicato de tamanho médio 0,7 μ m, correspondendo a 71% em peso. O sistema fotoiniciador usado foi a canforoquinona e 2-(dimetilamino)etil metacrilato (0.5% em peso), e como inibidor o hidroxitolueno butilado (0.5% em peso), como mostrado na Tabela 4.1.

<i>Matriz Resinosa</i>	<i>Proporção (peso)</i>
Bis-GMA	75%
TEGDMA	25%
<i>Carga</i>	<i>Proporção (peso)</i>
Vidro de bário-alumínio-silicato (0,7 μ m)	71%
<i>Fotoiniciador</i>	<i>Proporção (peso)</i>
Canforoquinona	0,50%
2-(dimetilamino)etil metacrilato	0,50%
<i>Inibidor</i>	<i>Proporção (peso)</i>
hidroxitolueno butilado	0,50%

Tabela 4.1- Composição da resina composta experimental

O compósito experimental foi elaborado e fornecido pela FGM Produtos Odontológicos Ltda. (Joinville, SC, Brasil) pronto. O compósito era mantido refrigerado a 10°C, sendo, retirado para a temperatura ambiente, 30 minutos antes de sua utilização.

4.2 CONFECÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Um total de 30 espécimes em forma de disco com $15\pm 0,1$ mm de diâmetro e $1,0\pm 0,1$ mm de espessura, dimensões preconizadas pela ISO 4049, foram confeccionados a partir de uma matriz de teflon bipartida (Figura 4.1). Esta matriz foi apoiada sobre uma lâmina de vidro e uma tira de poliéster, sendo a matriz isolada com silicone em spray para depois ser preenchida com o compósito experimental em incremento único. Um segundo conjunto tira de poliéster-lâmina de vidro foi colocado sobre a matriz com leve pressão para planificação da amostra, sendo a seguir o compósito fotopolimerizado.

Figura 4.1 - Matriz de Teflon bipartida usada na confecção dos espécimes

4.3 PRIMEIRO EXPERIMENTO: ESPÉCIMES COM AS DIMENSÕES PRECONIZADAS PELA ISO 4049, VARIANDO A FORMA DA FOTOATIVACÃO

Desenho experimental do Primeiro Teste	
• Resina composta experimental fotopolimerizada por 40 segundos em cada região, no topo e na base;	
• Espécimes com as dimensões da ISO 4049 (15x1mm);	
• Fator: (1) Forma de fotopolimerização	
• Níveis: (3)	
G1- 5 exposições, de 40 segundos, em cada face do espécime de acordo com a norma ISO 4049;	
G2- Retirando a ponta do fotopolimerizador, de forma que a luz irradie toda a superfície do espécime. Uma exposição de 40 segundos em cada face, com o aparelho fotopolimerizador encostado no espécime;	
G3- Distanciando a ponta do fotopolimerizador 1,5cm do espécime, de forma que a luz irradie toda a superfície, sendo uma exposição de 40 segundos em cada face.	
n = 5	

Quadro 4.1 – Desenho experimental do primeiro teste

4.3.1 Forma de fotoativação

Grupo1: De acordo com a norma ISO 4049

Para a fotoativação foi utilizado o fotopolimerizador de luz halógena Optilux 501 (Demetron)-SDS-Kerr-Orange-California-EUA (figura 4.2), com irradiância de aproximadamente 710 mW/cm^2 , aferida com o radiômetro LED Radiometer (SDI)-Baysterwater-Vitoria-Australia, com a ponta do fotopolimerizador encostada no sensor.

Figura 4.2 - Fotopolimerizador Optilux 501 (Demetron)

Nesse grupo que segue os parâmetros da ISO 4049 foram feitas 5 exposições de 40 segundos cada, com a ponta do fotopolimerizador encostada no espécime em ambas às faces (Figura 4.3). Para padronizar as regiões de irradiação em todos os espécimes, foi confeccionada uma matriz plástica rígida transparente (Figura 4.4) que serviu de guia para a fotoativação. As linhas foram traçadas usando uma ponta seca de compasso para que desta maneira a tinta da caneta não interferisse na passagem de luz. Entretanto, para exemplificar melhor, a fotografia foi tirada com as marcas feitas em caneta esferográfica.

Figura 4.3 - Forma de fotoativação como preconiza a ISO 4049

Figura 4.4 - Matriz plástica rígida transparente usada como guia para a fotoativação

Grupo 2- Retirando a ponta do fotoativador

Já no segundo grupo, a fotoativação foi feita retirando a ponta do aparelho fotopolimerizador e encostando a saída de luz do equipamento sobre a tira de poliéster, posicionada sobre o espécime, sendo este fotoativado por 40 segundos em cada face (Figura 4.5).

Figura 4 5 - Fotoativação retirando a guia de fibra ótica do aparelho

Grupo 3 : Afastando a ponta do fotopolimerizador 1,5 cm

Os espécimes do terceiro grupo tiveram a ponta do fotopolimerizador fixada com uma régua, distante do corpo de prova 1,5 cm, distância esta medida da ponta do fotoativador até a parte mais inferior do espécime, de forma que a distância de fotoativação fosse padronizada, e a luz atingisse toda a superfície da resina composta. (Figuras 4.6 e 4.7).

Após a fixação do espécime, o mesmo foi fotoativado por 40 segundos em cada uma das faces.

Figura 4.6 - Ajuste da medida para padronizar a distância entre o espécime e a ponteira de fibra ótica

Figura 4.7 - Fotoativação afastando a ponta do aparelho 1,5cm do espécime, de forma que a luz irradiada atingisse toda a superfície da resina composta

4.3.2 - Cálculo da dose de energia

A dose de energia é calculada multiplicando-se a irradiância pelo tempo de exposição, de modo que para cada grupo foi aplicada uma dose de energia diferente. Não se optou por igualar as doses de energia nas diferentes formas de fotoativação porque a metodologia deste trabalho foi baseada nas metodologias mais utilizadas pelos diversos autores, e os mesmos não calculam as doses de energia e sim fixam os tempos de fotoativação.

Na tabela a seguir pode-se verificar as doses de energia para cada grupo experimental estudado. Foi considerado também o tempo de 40 segundos por

face do espécime no grupo da ISO, visto que cada área foi exposta por pelo menos 40 segundos por face, havendo sobre-exposições que não se tem como controlar.

Tabela 4.1 – Cálculo da dose de energia para cada grupo experimental, considerando o tempo de irradiação de 40 segundos em cada face do espécime

<i>Grupo</i>	<i>Fotoativação</i>	<i>Irradiância(mw/cm2)</i>	<i>Tempo(seg)</i>	<i>dose (J/cm2)</i>
1	ISO	710	80	56,8
2	Sem a ponta	210	80	16,8
3	Afastando	110	80	8,8

4.3.3 Teste de Sorção e Solubilidade

Das 30 amostras confeccionadas anteriormente, a metade ($n=15$), cinco corpos de prova para cada condição experimental, foi armazenada em um dessecador a vácuo contendo sílica gel (Figura 4.8), e o conjunto mantido em estufa a uma temperatura de 37 °C. Os espécimes foram pesados semanalmente até que a estabilização da massa fosse observada (considerada como estabilização, ausência de alteração da massa, após três mensurações consecutivas, com precisão de 0,0001g), determinada em uma balança analítica (modelo AR2140 Adventurer, Ohaus, Pine Brook, NJ, EUA) (Figura 4.9) e denominada m_1 .

Figura 4.8 - Dessecador a vácuo usado no teste de sorção e solubilidade

Figura 1.9 - Balança analítica modelo AR2140 Adventurer, Ohaus, Pine Brook, NJ, EUA

Em seguida, o volume dos discos (V) foi calculado através da seguinte fórmula.

$$V = \pi \cdot R^2 \cdot h$$

Onde:

π é uma constante = 3,14;

R = média dos raios medidos em 4 pontos diferentes do espécime;

h = média das espessuras medidas em 4 pontos diferentes do espécime.

As medidas foram feitas utilizando um paquímetro digital (Digimatic Caliper CD-6"OS, Mitutoyo, Japão). Os espécimes foram então imersos separadamente em frascos com 20 ml de água destilada e mantidos a 37°C. Após 24 horas, e subsequentemente em intervalos de 1 semana, as amostras foram retiradas, o excesso de água da superfície removido com papel absorvente, até que não se observasse mais vestígios de água no papel, sendo então pesadas e retornadas à água. Este procedimento foi repetido até que os espécimes atingissem massa constante sendo então considerada m_2 . Os discos foram então recolocados

no dessecador a 37°C, foram pesados 1 vez por semana até obtenção de nova massa constante (m_3). As propriedades de sorção de água (W_{sp}) e solubilidade em água (W_{sl}) em $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ foram calculadas através da fórmula proposta pela ISO 4049:

$$W_{sp} = \frac{m_2 - m_3}{V}$$

$$W_{sl} = \frac{m_1 - m_3}{V}$$

Na qual:

m_1 = massa do espécime antes da imersão em água

m_2 = massa do espécime após imersão em água

m_3 = massa do espécime após imersão e dessecação

V = volume de espécime em mm^3

De posse desses valores, os mesmos foram submetidos aos testes estatísticos ANOVA e Tukey (Anexo A).

4.3.4 Teste de Microdureza Knoop

A outra metade dos 30 espécimes confeccionados anteriormente, ($n=15$) foram usados para o teste de microdureza knoop, sendo 5 deles para cada condição experimental ($n=5$). Os 15 espécimes foram então colocados individualmente sobre uma pequena porção de massa plástica para então serem submetidos à pressão de um planificador, obtendo-se assim fixação e paralelismo da superfície de cada um (Figura 4.10).

Figura 4.10 – Ilustração do espécime fixado sobre a massa plástica de forma a se obter o paralelismo necessário para o teste de microdureza Knoop

Nos espécimes que seguiram as normas ISO 4049 foram realizadas 5 indentações, uma para cada ponto referente a região fotopolimerizada inicialmente, para verificação da microdureza Knoop, a qual foi realizada no microdurômetro Durimet (Shimadzu HMV-2, Tóquio, Japão), utilizando o tempo de penetração de 30 segundos e carga de 50 gramas (Figura 4.11).

Figura 4. 11 – Indentação com o microdurômetro com ponta Knoop, realizada na superfície de resina composta fotopolimerizada

Nos outros dois grupos para cada espécime foram feitas 5 indentações, sendo que a média destas 5 indentações é o valor de microdureza knoop para este espécime. Como o número de espécimes por grupo experimental é de $n=5$, temos 5 valores que irão constituir a média e desvio padrão de cada grupo experimental.

A análise estatística dos dados referentes à microdureza Knoop foi feita através da ANOVA e teste de Tukey (5%) para diferenciação das médias. (Apêndice A).

Ao final desta etapa foi definida qual a melhor forma de fotoativação, sendo a mesma estipulada pelo grupo que teve menores valores de sorção e solubilidade e maior valor de microdureza knoop.

4.4 SEGUNDO EXPERIMENTO: ESPÉCIMES FOTOPOLIMERIZADOS DE ACORDO COM O MELHOR RESULTADO DO PRIMEIRO EXPERIMENTO, VARIANDO AS DIMENSÕES DO CORPO DE PROVA

Para se definir quais as dimensões usadas nesta segunda fase do trabalho, foi feita uma pesquisa na literatura dos últimos anos, em trabalhos sobre sorção e solubilidade, de modo que foram escolhidas as dimensões mais utilizadas pelos autores.

Desenho experimental do Segundo Teste	
Resina composta experimental fotopolimerizada por 40 segundos no topo e 40 segundos na base. Fotopolimerização de acordo com a melhor condição experimental do Teste 1 (correspondente ao G1).	
<ul style="list-style-type: none"> Fator: (1) Tamanho do espécime 	
Níveis: (3) g1 - 15x1 mm, de acordo com o padrão ISO; g2 - 5,8x0,8mm; e g 3- 6x0,5mm.	
n = 5	

Quadro 4.2 – Desenho experimental do segundo teste

A melhor forma de fotoativação obtida na primeira parte do trabalho (G1), foi utilizada na confecção de todos os 15 espécimes desta segunda etapa. Este teste teve como variável o tamanho dos espécimes, conforme o Quadro 4.2, (15x1mm, de acordo com a ISO 4049; 5,8x0,8 mm e 6x0,5 mm), sendo n=5.

Todos os espécimes foram confeccionados a partir de matriz de teflon bipartida com as três dimensões estudadas. Estas matrizes foram isoladas com silicone em *spray*, apoiadas sobre uma lâmina de vidro com uma tira de poliéster, sendo depois preenchidas com o mesmo compósito experimental da primeira fase do trabalho, em incremento único. Um segundo conjunto tira de poliéster-lâmina de vidro foi colocado sobre as matrizes com leve pressão para a planificação da amostra, sendo em seguida o compósito fotopolimerizado, de acordo com a melhor condição experimental do primeiro teste, o grupo 1 (de acordo com a ISO 4049).

Ao final desta etapa de confecção, foram aplicados os testes de sorção, solubilidade e de microdureza Knoop, de acordo com a metodologia empregada no primeiro experimento, sendo os dados submetidos aos mesmos testes estatísticos anteriores (ANOVA e Tukey 5%). Apêndice B.

5 RESULTADOS

5.1 PRIMEIRO EXPERIMENTO – VARIANDO A FORMA DE FOTOATIVAÇÃO

5.1.1 Sorção e Solubilidade

A análise de variância mostrou que não existem diferenças estatisticamente significativas ($p=0,517$) entre os valores de sorção para os diversos modos de fotoativação (Gráfico 5.1). As médias e desvios padrão encontrados em $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ para a sorção foram os seguintes: $G1=22,58\pm1,20$, $G2=23,51\pm0,61$ e $G3=22,16\pm1,39$. Por outro lado, a solubilidade foi influenciada de modo significativo ($p=0,002$). As médias e os desvios padrão encontrados em $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ foram os seguintes: $G1=0,54\pm0,14$; $G2=0,37\pm0,14$ e $G3=1,04\pm0,09$ (Apêndice A). Através do teste de Tukey foi constatado que não há diferenças significativas entre a forma ISO ($G1$) e retirando a ponta do fotoativador ($G2$). Já a condição experimental em que a ponta do fotoativador foi afastada do espécime ($G3$) se comportou de maneira estatisticamente diferente quando comparada com as duas condições anteriores $G3>G1=G2$ (Gráfico 5.2).

Gráfico 5.1 - Resultados obtidos no primeiro experimento para a sorção em $\mu\text{g}/\text{mm}^3$

Gráfico 5.2 - Resultados obtidos no primeiro experimento para a solubilidade em $\mu\text{g}/\text{mm}^3$

5.1.2- Microdureza Knoop

Comparando-se as médias obtidas no teste de microdureza Knoop, a análise de variância mostrou que houve diferenças estatisticamente significativas ($p=0,003$) entre as mesmas (Gráfico 3), sendo que: $G1 > G2 = G3$. Os valores em (KHN) com seus desvios padrão foram $G1=78,9 \pm 2,74$, $G2=69,4 \pm 4,77$ e $G3=67,4 \pm 4,94$. O teste de Tukey para diferenciação das médias indicou que a melhor condição apresentada foi para o grupo em que a fotoativação ocorreu de acordo com a forma preconizada pela ISO (G1), sendo que os demais grupos experimentais apresentaram microdureza Knoop semelhantes entre si.

Gráfico 5 3 - Resultados obtidos para a microdureza Knoop do primeiro experimento em KHN

5.2 SEGUNDO EXPERIMENTO: VARIANDO AS DIMENSÕES DOS ESPÉCIMES

5.2.1 Sorção e Solubilidade

A Análise de variância mostrou que para o teste de sorção, não houve diferenças estatisticamente significativas ($p=0,915$) para as diversas dimensões estudadas, ($g1=g2=g3$), (Gráfico 5.4). Os valores em $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ com seus respectivos desvios padrão foram: $g1=22,58\pm1,2$; $g2=22,28\pm2,26$ e $g3=22,78\pm2,02$. Já a solubilidade foi influenciada de modo significativo ($p=0,006$). As médias encontradas e respectivos desvios padrão em $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ foram os seguintes: $g2=3,2\pm2,07$; $g3=2,16\pm1,06$ e $g1=0,54\pm0,14$ (apêndice B). Através do teste de Tukey foi constatado que há diferenças estatisticamente significativas entre $g1$ e $g3$, entretanto a condição experimental com as dimensões de $g2$ foi semelhante às duas anteriores (Gráfico 5.5).

Gráfico 5.4 - Resultados obtidos para a sorção do segundo experimento $\mu\text{g}/\text{mm}^3$

Gráfico 5.5 - Resultados obtidos para a solubilidade do segundo experimento $\mu\text{g}/\text{mm}^3$

5.2.2 Microdureza Knoop

A análise de variância mostrou que não houve diferenças estatisticamente significativas ($p=0,106$) entre as médias obtidas no teste de microdureza Knoop. As médias e respectivos desvios padrão encontrados foram: $g1=62,12\pm0,86$; $g2=64,88\pm4,21$ e $g3=66,20\pm2,33$. (Gráfico 5.6).

Gráfico 5.6 - Resultados obtidos para a microdureza Knoop do segundo experimento em KHN

6 DISCUSSÃO

Um dos maiores problemas encontrados pelos autores que estudam sorção e solubilidade de compósitos está relacionado à falta de padronização dos testes realizados nos diversos trabalhos publicados. Portanto, trabalhos de padronização de metodologias são relevantes para que se tenham comparações mais precisas dos dados. Neste estudo, escolheu-se utilizar uma resina composta experimental, com características parecidas com a maioria das resinas encontradas comercialmente nos dias atuais. Esta escolha é devida ao fato de que com uma resina experimental, tem-se controle de todos os componentes nela inseridos. Se fosse escolhida uma resina comercial, devido aos segredos industriais, não haveria como saber sua composição exata o que poderia dificultar a interpretação dos dados. O trabalho foi feito escolhendo as condições experimentais mais utilizadas pelos autores que estudam sorção e solubilidade, para se tentar encontrar qual a melhor forma de proceder com esses testes.

Na maioria dos estudos, o diâmetro do corpo de prova é reduzido em relação à norma ISO. Primeiramente devido ao fato do tamanho do espécime não ser condizente com a realidade clínica, visto que os incrementos das restaurações não chegam a ter 15 mm de diâmetro. Segundo, a confecção de um espécime grande poderia inviabilizar a pesquisa, pois muitos pesquisadores utilizam materiais que tem custo elevado. E, terceiro, como em algumas regiões do espécime haverá sobreposição da luz e, em outras, a mesma não atingirá o compósito diretamente, não sendo possível ter certeza que todas as regiões do corpo de prova foram fotoativadas de maneira homogênea.

6.1 PRIMEIRA PARTE DO TRABALHO (VARIANDO A FORMA DE FOTOATIVAÇÃO)

Na primeira parte do trabalho, na qual houve variação da forma de fotoativação do compósito, para o teste de sorção não houve diferenças estatisticamente significativas, fato este que está de acordo com a literatura. Um trabalho concluiu que a sorção de água de polímeros a base de metacrilatos, está possivelmente relacionada com a polaridade das moléculas [38]. A sorção parece ser independente da variação das fontes de luz ou até ou mesmo da variação da dose de energia, e parece estar mais relacionada com a natureza do compósito. Sorções semelhantes parecem compreender a plastificação, oxidação e hidrólise também semelhantes [23].

Já para o teste de solubilidade esta diferença foi significativa. A solubilidade mostrou uma relação direta com a dose de energia. Fatores conhecidos, como parâmetros estruturais, são importantes para a solubilidade. E entre eles estão: densidade de ligações cruzadas e de porosidades na rede polimérica, bem como variações na dose de energia, o que pode resultar em variações no grau de conversão. Quanto maior a dose de energia, maior a ativação de iniciadores que propagam a reação de polimerização, sendo a densidade das ligações maior. Como consequência, existe a saída de menos monômeros residuais resultando numa menor solubilidade do compósito [39, 40]. Como afirmado durante a análise dos resultados deste estudo, os testes estatísticos mostraram diferenças significativas entre as duas condições experimentais que tiveram a maior dose de energia (ISO e sem a ponta do fotopolimerizador) e a condição onde a dose de energia foi a menor de todas (afastando a ponta do fotoativador). No grupo 3, onde a dose de energia foi menor (8,8J) devido ao afastamento da fonte de luz, obteve-se a maior solubilidade, adicionalmente a esta menor dose de energia, associa-se o fato de este afastamento gerar uma distribuição irregular desta irradiância [41].

Sabe-se, entretanto, que a polimerização dos dimetacrilatos forma uma rede polimérica na qual existe certa quantidade de monômeros residuais, devido à dificuldade de difusão da luz através da resina composta durante a fotoativação. Esses monômeros residuais ficam aprisionados no interior da massa polimerizada do compósito, ou em microporos formados durante a manipulação do compósito. O momento em que o mesmo, já polimerizado, entra em contato com o solvente, neste

caso a água, a mesma se difunde muito lentamente para o interior do polímero e retira os monômeros residuais, os quais são solúveis em água. A quantidade que sai destes monômeros que não reagiram esta na dependência do grau de conversão, ou seja, um alto grau de conversão gera baixa quantidade de monômeros residuais e consequentemente menores valores de solubilidade [15], fato este que pode justificar os valores encontrados neste estudo.

Foi usado o teste de microdureza Knoop por ser realizado com equipamento mais acessível que um método direto de avaliação do grau de conversão de compósitos, e também por ser um indicativo do grau de conversão do polímero. Visto que a maior solubilidade foi correspondente ao menor valor de microdureza Knoop, pode-se justificar tal resultado pela maior quantidade de monômeros residuais. Um estudo que comparou a relação existente entre grau de conversão e microdureza Knoop, em seu resultado, mostrou que o grau de conversão dos compósitos foi proporcional aos valores da microdureza Knoop [36, 37].

Embora os grupos 2 e 3 tenham recebido doses bem diferentes de irradiação (16,8 e 8,8 J) respectivamente, essa diferença de irradiação parece não ser suficiente para influenciar a microdureza Knoop entre ambos.

6.2 SEGUNDO EXPERIMENTO (VARIANDO A DIMENSÃO DO CORPO DE PROVA)

Nesta segunda parte do trabalho foi repetida a melhor condição experimental quanto à fotoativação conseguida na primeira fase, entretanto, variaram-se as dimensões dos espécimes. Essa melhor condição correspondeu à forma de fotoativação equivalente á ISO 4049, que apresentou menor solubilidade e maior microdureza Knoop. As dimensões utilizadas foram (diâmetro x espessura) g1 - 15x1mm, referente à ISO, g2 - 5,8X0,8mm e g3 - 6,0X0,5mm. Essas medidas foram escolhidas após uma revisão nos trabalhos sobre sorção e solubilidade na qual foi constatado que são os valores mais utilizados pelos autores.

Para o teste de sorção novamente não foram encontradas diferenças estatisticamente significativas pelos mesmos motivos apresentados na primeira fase.

Já para o teste de solubilidade, pode-se notar que os menores valores foram encontrados no grupo correspondente à forma da ISO, a qual contém a maior espessura de compósito. Se for levado em consideração o fato de que a maioria dos fabricantes preconiza que se usem as resinas compostas em incrementos de no máximo 2 mm, e todos os corpos de prova têm espessuras menores do que a referida, talvez a polimerização tenha acontecido de maneira igual nos três grupos.

Entretanto quando foi calculada a relação área/volume para cada condição experimental obteve-se as seguintes relações (Tabela 6.1).

Grupo	Área (A)	Volume (V)	Rel (A/V).10
g1	47,10	176,63	2,67
g2	15,07	21,13	7,13
g3	9,42	14,13	6,67

Tabela 6.1 – Tabela de cálculo A/V em mm²

Neste caso, o que talvez tenha feito com que a forma da ISO tivesse uma solubilidade menor foi o fato de que sua relação A/V foi a menor de todas, o que se assemelha mais à realidade clínica. Apesar de sua menor proporção A/V, neste grupo encontra-se a maior espessura, e, por isso, talvez o solvente não tenha penetrado todo o corpo de prova, ficando nas regiões mais profundas, monômeros residuais que não foram lixiviados para o meio. No caso dos espécimes com espessuras menores o solvente penetrou totalmente na porção central do corpo de prova, fazendo com que os monômeros residuais tenham sido lixiviados para o meio, de maneira que suas solubilidades apresentaram valores maiores.

Quanto à microdureza Knoop, não foram encontradas diferenças estatísticas significativas entre os grupos. Fato que está de acordo com a literatura, já que as doses de energia empregadas foram iguais, e os corpos de prova não ultrapassaram a espessura recomendada pelo fabricante (2 mm), o que leva a pensar, que, talvez os grupos convertem de maneira semelhante, já que a microdureza Knoop é uma medida indireta do grau de conversão.

Foi muito importante utilizar o teste de microdureza Knoop em conjunto com a sorção e solubilidade, a partir de uma mesma resina composta. O mesmo parece ser essencial para ajudar a estudar resultados de teste de solubilidade, devido aos monômeros residuais ser um dos primeiros produtos a serem lixiviados.

7 CONCLUSÕES

- Tanto as diferentes formas de fotoativação quanto os tamanhos diferentes dos corpos de prova do compósito experimental, não têm influência no teste de sorção;
- As diversas formas de fotoativação influenciam na solubilidade, visto que, as diferentes doses de energia influenciam diretamente na microdureza Knoop, a qual é uma medida indireta de grau de conversão;
- Já quanto aos diferentes tamanhos de corpos de prova usados, a influência da solubilidade parece ser menor para corpos de prova com menor relação área/volume.

REFERÊNCIAS¹

1. Craig R. Restorative dental materials 10th ed.St.Louis. 1997.
2. Mjor IA. The reasons for replacement and the age of failed restorations in general dental practice. *Acta Odontol Scand*. 1997 Jan;55(1):58-63.
3. Hervas-Garcia A, Martinez-Lozano MA, Cabanes-Vila J, Barjau-Escribano A, Fos-Galve P. Composite resins. A review of the materials and clinical indications. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal*. 2006 Mar;11(2):E215-20.
4. Ortengren U, Wellendorf H, Karlsson S, Ruyter IE. Water sorption and solubility of dental composites and identification of monomers released in an aqueous environment. *J Oral Rehabil*. 2001 Dec;28(12):1106-15.
5. Craig RG, Dootz ER. Effect of mixed silanes on the hydrolytic stability of composites. *J Oral Rehabil*1996 Nov;23(11):751-6.
6. Braden M, Causton EE, Clarke RL. Diffusion of water in composite filling materials. *J Dent Res*. 1976 Sep-Oct;55(5):730-2.
7. Ruyter IE. Physical and chemical aspects related to substances released from polymer materials in an aqueous environment. *Advanced Dental Research*. 1995;9:344.
8. Geurtzen W. Substances released from dental resin composites and glass ionomer cements. *European J Oral Sci*. 1998;(106):687.
9. Jokstad A, Mjor IA, Qvist V. The age of restorations in situ. *Acta Odontol Scand*. 1994 Aug;52(4):234-42.
10. Malacarne LC, Mendes RS, Lenzi EK, Lenzi MK. General solution of the diffusion equation with a nonlocal diffusive term and a linear force term. *Phys Rev E Stat Nonlin Soft Matter Phys*2006 Oct;74(4 Pt 1):042101.
11. Hume WR, Gerzina TM. Bioavailability of components of resin-based materials which are applied to teeth. *Crit Rev Oral Biol Med*. 1996;7(2):172-9.

¹ De acordo com Estílo Vancouver.

12. Ortengren U, Andreasson H, Karlsson S, Meding B, Barregard L. Prevalence of self-reported hand eczema and skin symptoms associated with dental materials among Swedish dentists. *Eur J Oral Sci.* 1999 Dec;107(6):496-505.
13. 4049 I. Dentistry-polymer-based filling, restorative and luting materials. 2000.
14. Schneider LF, Cavalcante LM, Consani S, Ferracane JL. Effect of co-initiator ratio on the polymer properties of experimental resin composites formulated with camphorquinone and phenyl-propanedione. *Dent Mater.* 2009 Mar;25(3):369-75.
15. Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Study of water sorption, solubility and modulus of elasticity of light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials.* 2003 Feb;24(4):655-65.
16. Karabela MM, Sideridou ID. Effect of the structure of silane coupling agent on sorption characteristics of solvents by dental resin-nanocomposites. *Dent Mater.* 2008 Dec;24(12):1631-9.
17. Goldstein RE. Sistemas adesivos de lós composites. 2002.
18. Yearn JA. Factors affecting cure of visible light activated composites. *Int Dent J.* 1985 Sep;35(3):218-25.
19. Rueggeberg F. Contemporary issues in photocuring. *Compend Contin Educ Dent Suppl.* 1999 Nov(25):S4-15; quiz S73.
20. Rueggeberg FA, Caughman WF, Chan DC. Novel approach to measure composite conversion kinetics during exposure with stepped or continuous light-curing. *J Esthet Dent.* 1999;11(4):197-205.
21. Labella R, Lambrechts P, Van Meerbeek B, Vanherle G. Polymerization shrinkage and elasticity of flowable composites and filled adhesives. *Dent Mater.* 1999 Mar;15(2):128-37.
22. Xu HH. Dental composite resins containing silica-fused ceramic single-crystalline whiskers with various filler levels. *J Dent Res.* 1999 Jul;78(7):1304-11.
23. Gopferich A. Mechanisms of polymer degradation and erosion. *Biomaterials.* 1996 Jan;17(2):103-14.

24. Levine MJ. Salivary macromolecules. A structure/function synopsis. *Ann N Y Acad Sci.* 1993 Sep 20;694:11-6.
25. Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. *Eur J Oral Sci.* 1997 Apr;105(2):97-116.
26. Arima T, Murata H, Hamada T. The effects of cross-linking agents on the water sorption and solubility characteristics of denture base resin. *J Oral Rehabil.* 1996 Jul;23(7):476-80.
27. Janda R, Roulet JF, Latta M, Ruttermann S. Water sorption and solubility of contemporary resin-based filling materials. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2007 Aug;82(2):545-51.
28. Braden M, Davy KW. Water absorption characteristics of some unfilled resins. *Biomaterials.* 1986 Nov;7(6):474-5.
29. Beatty MW, Swartz ML, Moore BK, Phillips RW, Roberts TA. Effect of crosslinking agent content, monomer functionality, and repeat unit chemistry on properties of unfilled resins. *J Biomed Mater Res.* 1993 Mar;27(3):403-13.
30. Kalachandra S, Turner DT. Water sorption of polymethacrylate networks: bis-GMA/TEGDM copolymers. *J Biomed Mater Res.* 1987 Mar;21(3):329-38.
31. Hermes CB, Wall BS, McEntire JF. Dimensional stability of dental restorative materials and cements over four years. *Gen Dent.* 2003 Nov-Dec;51(6):518-23.
32. Michelsen VB, Lygre H, Skalevik R, Tveit AB, Solheim E. Identification of organic eluates from four polymer-based dental filling materials. *Eur J Oral Sci.* 2003 Jun;111(3):263-71.
33. Santerre JP, Shajii L, Leung BW. Relation of dental composite formulations to their degradation and the release of hydrolyzed polymeric-resin-derived products. *Crit Rev Oral Biol Med.* 2001;12(2):136-51.
34. Finer Y, Santerre JP. Biodegradation of a dental composite by esterases: dependence on enzyme concentration and specificity. *J Biomater Sci Polym Ed.* 2003;14(8):837-49.

35. Freund M, Munksgaard EC. Enzymatic degradation of BISGMA/TEGDMA-polymers causing decreased microhardness and greater wear in vitro. *Scand J Dent Res*. 1990 Aug;98(4):351-5.
36. Ferracane JL. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. *Dent Mater*. 1985 Feb;1(1):11-4.
37. Santos GB, Medeiros IS, Fellows CE, Muench A, Braga RR. Composite depth of cure obtained with QTH and LED units assessed by microhardness and micro-Raman spectroscopy. *Oper Dent*. 2007 Jan-Feb;32(1):79-83.
38. Ito S, Hashimoto M, Wadgaonkar B, Svizero N, Carvalho RM, Yiu C, et al. Effects of resin hydrophilicity on water sorption and changes in modulus of elasticity. *Biomaterials*. 2005 Nov;26(33):6449-59.
39. Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials*. 2002 Apr;23(8):1819-29.
40. Calheiros FC, Kawano Y, Stansbury JW, Braga RR. Influence of radiant exposure on contraction stress, degree of conversion and mechanical properties of resin composites. *Dent Mater*. 2006 Sep;22(9):799-803.
41. Price RB, Rueggeberg FA, Labrie D, Felix CM. Irradiance uniformity and distribution from dental light curing units. *J Esthet Restor Dent* Apr;22(2):86-101.

APÊNDICE A – Estatística da primeira fase do trabalho

Descriptive Statistics: Sorção

Variable	Fotoativação	N	N*	Mean	SE Mean	StDev	Minimum	Q1	Median
Sorção	AFAS	5	0	22,157	0,622	1,391	19,805	20,986	22,434
	ISO	5	0	22,580	0,538	1,204	20,992	21,514	22,350
	SEM	5	0	23,513	0,274	0,613	22,458	23,013	23,723

Variable	Fotoativação	Q3	Maximum
Sorção	AFAS	23,189	23,234
	ISO	23,761	24,021
	SEM	23,908	24,030

General Linear Model: Sorção versus Fotoativação

Factor	Type	Levels	Values
Fotoativação	fixed	3	AFAS; ISO; SEM

Analysis of Variance for Sorção, using Adjusted SS for Tests

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Fotoativação	2	4,816	4,816	2,408	1,92	0,189
Error	12	15,041	15,041	1,253		
Total	14	19,856				

S = 1,11954 R-Sq = 24,25% R-Sq(adj) = 11,63%

Unusual Observations for Sorção

Obs	Sorção	Fit	SE Fit	Residual	St Resid
14	19,8047	22,1566	0,5007	-2,3519	-2,35 R

R denotes an observation with a large standardized residual.

Tukey 95,0% Simultaneous Confidence Intervals

Response Variable Sorção

All Pairwise Comparisons among Levels of Fotoativação

Fotoativação = AFAS subtracted from:

Fotoativação	Lower	Center	Upper	
ISO	-1,464	0,4233	2,311	(-----*-----)
SEM	-0,531	1,3563	3,244	(-----*-----)
				+-----+-----+-----+-----
				-1,5 0,0 1,5 3,0

Fotoativação = ISO subtracted from:

Fotoativação	Lower	Center	Upper	
SEM	-0,9545	0,9330	2,821	(-----*-----)
				+-----+-----+-----+-----
				-1,5 0,0 1,5 3,0

Tukey Simultaneous Tests

Response Variable Sorção

All Pairwise Comparisons among Levels of Fotoativação

Fotoativação = AFAS subtracted from:

Fotoativação	Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
ISO	0,4233	0,7081	0,5979	0,8239
SEM	1,3563	0,7081	1,9156	0,1767

Fotoativação = ISO subtracted from:

Fotoativação	Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
SEM	0,9330	0,7081	1,318	0,4126

Descriptive Statistics: Soubilidade

Variable	Fotoativação	N	N*	Mean	SE	Mean	StDev	Minimum	Q1
Soubilidade	AFAS	5	0	1,0398	0,0409	0,0915	0,9316	0,9316	0,9644
	ISO	5	0	0,5350	0,0641	0,1434	0,3655	0,3655	0,3931
	SEM	5	0	0,3714	0,0619	0,1383	0,2664	0,2664	0,2683

Variable	Fotoativação	Median	Q3	Maximum
Soubilidade	AFAS	1,0153	1,1274	1,1721
	ISO	0,5345	0,6772	0,6805
	SEM	0,3091	0,5057	0,5933

General Linear Model: Soubilidade versus Fotoativação

Factor	Type	Levels	Values
Fotoativação	fixed	3	AFAS; ISO; SEM

Analysis of Variance for Soubilidade, using Adjusted SS for Tests

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Fotoativação	2	1,21380	1,21380	0,60690	37,89	0,002
Error	12	0,19223	0,19223	0,01602		
Total	14	1,40604				

S = 0,126568 R-Sq = 86,33% R-Sq(adj) = 84,05%

Tukey 95,0% Simultaneous Confidence Intervals

Response Variable Soubilidade

All Pairwise Comparisons among Levels of Fotoativação

Fotoativação = AFAS subtracted from:

Fotoativação	Lower	Center	Upper	-----+-----+-----+-----
ISO	-0,7182	-0,5048	-0,2914	(-----*-----)
SEM	-0,8818	-0,6684	-0,4550	(-----*-----)

Fotoativação = ISO subtracted from:

Tukey Simultaneous Tests

Response Variable Soubilidade

All Pairwise Comparisons among Levels of Fotoativação

Fotoativação = AFAS subtracted from:

Fotoativação	Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
ISO	-0,5048	0,08005	-6,306	0,0001
SEM	-0,6684	0,08005	-8,350	0,0000

Fotoativação = ISO subtracted from:

Fotoativação	Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
SEM	-0,1636	0,08005	-2,044	0,1440

Descriptive Statistics: HK

Variable	Fotoativação	N	N*	Mean	SE	Mean	StDev	Minimum	Q1	Median
HK	AFAS	5	0	67,44	2,21	4,94	63,80	64,20	65,80	
	ISO	5	0	78,88	1,23	2,74	75,40	76,80	78,40	
	SEM	5	0	69,36	2,13	4,77	62,40	64,60	70,60	

Variable	Fotoativação	Q3	Maximum
HK	AFAS	71,50	76,00
	ISO	81,20	83,00
	SEM	73,50	73,60

General Linear Model: HK versus Fotoativação

Factor	Type	Levels	Values
Fotoativação	fixed	3	AFAS; ISO; SEM

Analysis of Variance for HK, using Adjusted SS for Tests

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Fotoativação	2	375,32	375,32	187,66	10,31	0,003
Error	12	218,35	218,35	18,20		
Total	14	593,67				

S = 4,26568 R-Sq = 63,22% R-Sq(adj) = 57,09%

Unusual Observations for HK

Obs	HK	Fit	SE Fit	Residual	St Resid
11	76,0000	67,4400	1,9077	8,5600	2,24 R

R denotes an observation with a large standardized residual.

Tukey 95,0% Simultaneous Confidence Intervals

Response Variable HK

All Pairwise Comparisons among Levels of Fotoativação

Fotoativação = AFAS subtracted from:

Fotoativação	Lower	Center	Upper	
ISO	4,248	11,440	18,632	(-----*-----)
SEM	-5,272	1,920	9,112	(-----*-----)

-----+-----+-----+-----
-10 0 10

Fotoativação = ISO subtracted from:

Fotoativação	Lower	Center	Upper	
SEM	-16,71	-9,520	-2,328	(-----*-----)

-----+-----+-----+-----
-10 0 10

Tukey Simultaneous Tests

Response Variable HK

All Pairwise Comparisons among Levels of Fotoativação

Fotoativação = AFAS subtracted from:

Fotoativação	Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
ISO	11,440	2,698	4,2404	0,0030
SEM	1,920	2,698	0,7117	0,7614

Fotoativação = ISO subtracted from:

Fotoativação	Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
SEM	-9,520	2,698	-3,529	0,0107

APÊNDICE B- Estatística da segunda fase do trabalho

Descriptive Statistics: Sorção 2

Variable	Grupo	N	N*	Mean	SE Mean	StDev	Minimum	Q1	Median
Sorção 2	15x1	5	0	22,580	0,538	1,204	20,992	21,514	22,350
	5,8x0,8	5	0	22,28	1,01	2,26	18,73	20,44	22,34
	6x0,5	5	0	22,781	0,905	2,024	20,787	21,201	21,691

Variable	Grupo	Q3	Maximum
Sorção 2	15x1	23,761	24,021
	5,8x0,8	24,10	24,89
	6x0,5	24,905	25,552

General Linear Model: Sorção 2 versus Grupo

Factor	Type	Levels	Values
Grupo	fixed	3	15x1; 5,8x0,8; 6x0,5

Analysis of Variance for Sorção 2, using Adjusted SS for Tests

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Grupo	2	0,634	0,634	0,317	0,09	0,915
Error	12	42,692	42,692	3,558		
Total	14	43,325				

S = 1,88617 R-Sq = 1,46% R-Sq(adj) = 0,00%

Unusual Observations for Sorção 2

Obs	Sorção 2	Fit	SE Fit	Residual	St Resid
6	18,7270	22,2806	0,8435	-3,5537	-2,11 R

R denotes an observation with a large standardized residual.

Tukey 95,0% Simultaneous Confidence Intervals

Response Variable Sorção 2

All Pairwise Comparisons among Levels of Grupo

Grupo = 15x1 subtracted from:

Grupo	Lower	Center	Upper	
5,8x0,8	-3,479	-0,2993	2,881	(-----+-----+-----+-----)
6x0,5	-2,979	0,2009	3,381	(-----+-----+-----+-----)
				-----+-----+-----+-----
				-2,0 0,0 2,0

Grupo = 5,8x0,8 subtracted from:

Grupo	Lower	Center	Upper	
6x0,5	-2,680	0,5002	3,680	(-----+-----+-----+-----)
				-----+-----+-----+-----
				-2,0 0,0 2,0

Tukey Simultaneous Tests
 Response Variable Sorção 2
 All Pairwise Comparisons among Levels of Grupo
 Grupo = 15x1 subtracted from:

Grupo	Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
5,8x0,8	-0,2993	1,193	-0,2509	0,9660
6x0,5	0,2009	1,193	0,1684	0,9845

Grupo = 5,8x0,8 subtracted from:

Grupo	Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
6x0,5	0,5002	1,193	0,4193	0,9084

Descriptive Statistics: Solubilidade 2 Experimento

Variable	Grupo	N	N*	Mean	SE Mean	StDev	Minimum	Q1
Solubilidade 2	15x1	5	0	0,5350	0,0641	0,1434	0,3655	0,3931
	5,8x0,8	5	0	3,199	0,924	2,065	1,039	1,643
	6x0,5	5	0	2,163	0,476	1,064	0,866	1,237

Variable	Grupo	Median	Q3	Maximum
Solubilidade 2	15x1	0,5345	0,6772	0,6805
	5,8x0,8	2,953	4,878	6,580
	6x0,5	2,165	3,089	3,731

General Linear Model: Solubilidade 2 versus Grupo

Factor Type Levels Values
 Grupo fixed 3 15x1; 5,8x0,8; 6x0,5

Analysis of Variance for Solubilidade 2, using Adjusted SS for Tests

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Grupo	2	18,037	18,037	9,019	4,99	0,006
Error	12	21,673	21,673	1,806		
Total	14	39,710				

S = 1,34390 R-Sq = 45,42% R-Sq(adj) = 36,33%

Unusual Observations for Solubilidade 2

Obs	Solubilidade 2	Fit	SE Fit	Residual	St Resid
6	6,57974	3,19920	0,60101	3,38054	2,81 R

R denotes an observation with a large standardized residual.

Tukey 95,0% Simultaneous Confidence Intervals
 Response Variable Solubilidade 2

All Pairwise Comparisons among Levels of Grupo
Grupo = 15x1 subtracted from:

Grupo	Lower	Center	Upper	---+-----+-----+-----+---
5,8x0,8	0,3984	2,664	4,930	(-----*-----)
6x0,5	-0,6375	1,628	3,894	(-----*-----)
				---+-----+-----+-----+---
				-2,5 0,0 2,5 5,0

Grupo = 5,8x0,8 subtracted from:

Grupo	Lower	Center	Upper	---+-----+-----+-----+---
6x0,5	-3,302	-1,036	1,230	(-----*-----)
				---+-----+-----+-----+---
				-2,5 0,0 2,5 5,0

Tukey Simultaneous Tests

Response Variable Solubilidade 2

All Pairwise Comparisons among Levels of Grupo

Grupo = 15x1 subtracted from:

	Difference	SE of		Adjusted
Grupo	of Means	Difference	T-Value	P-Value
5,8x0,8	2,664	0,8500	3,134	0,0218
6x0,5	1,628	0,8500	1,916	0,1766

Grupo = 5,8x0,8 subtracted from:

	Difference	SE of		Adjusted
Grupo	of Means	Difference	T-Value	P-Value
6x0,5	-1,036	0,8500	-1,219	0,4652

Microdureza Knoop 2 experimento

Descriptive Statistics: KHN

Variable	Irradiação	N	N*	Mean	SE	Mean	StDev	Minimum	Q1	Median
KHN	15x1	5	0	62,120	0,383	0,856	60,800	61,300	62,400	
	5,8x0,8	5	0	64,88	1,88	4,21	58,20	60,90	66,00	
	6x0,5	5	0	66,20	1,04	2,33	63,00	64,00	66,20	

Variable	Irradiação	Q3	Maximum
KHN	15x1	62,800	63,000
	5,8x0,8	68,30	68,40
	6x0,5	68,40	68,80

Probability Plot of KHN

General Linear Model: KHN versus Irradiação

Factor	Type	Levels	Values
Irradiação	fixed	3	15x1; 5,8x0,8; 6x0,5

Analysis of Variance for KHN, using Adjusted SS for Tests

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Irradiação	2	43,344	43,344	21,672	2,72	0,106
Error	12	95,536	95,536	7,961		
Total	14	138,880				

S = 2,82158 R-Sq = 31,21% R-Sq(adj) = 19,74%

Tukey Simultaneous Tests

Response Variable KHN

All Pairwise Comparisons among Levels of Irradiação

Irradiação = 15x1 subtracted from:

	Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
5,8x0,8	2,760	1,785	1,547	0,3051
6x0,5	4,080	1,785	2,286	0,0966

Irradiação = 5,8x0,8 subtracted from:

	Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
6x0,5	1,320	1,785	0,7397	0,7453